



⑮ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENTAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 196 39 491 A 1**

⑤ Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**B 05 D 7/00**  
B 05 D 3/06  
B 01 J 19/00

⑰ Aktenzeichen: 196 39 491.0  
⑳ Anmeldetag: 26. 9. 96  
㉑ Offenlegungstag: 9. 4. 98

⑦① Anmelder:  
Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der  
angewandten Forschung e.V., 80636 München, DE  
  
⑦④ Vertreter:  
Lichti und Kollegen, 76227 Karlsruhe

⑦② Erfinder:  
Eyerer, Peter, Prof. Dr.-Ing., 76228 Karlsruhe, DE;  
Elsner, Peter, Dr.-Ing., 76327 Pfinztal, DE; Emmerich,  
Rudolf, Dr.rer.nat., 76646 Bruchsal, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:  
DE 32 33 819 A1  
EP 02 59 706 A2  
JP 08-1 19 697 A

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Verfahren zur Vergrößerung der Oberfläche von Festkörpern

⑤⑦ Zur Vergrößerung der Oberfläche von Festkörpern, die  
zumindest in begrenztem Umfang Flüssigkeiten absorbie-  
ren, wird vorgeschlagen, den Festkörper einer Flüssigkeit  
oder einer diese enthaltenden feuchten Atmosphäre so-  
lange auszusetzen, bis diese zumindest in den oberflä-  
chennahen Bereich des Festkörpers penetriert ist, und  
schließlich den flüssigkeitshaltigen Festkörper mit Mikro-  
wellen bis zum Verdampfen der penetrierten Flüssigkeit  
zu bestrahlen. Je nach Eindringtiefe der Flüssigkeit wird  
nur die Oberfläche des Festkörpers aufgerissen und damit  
vergrößert oder wird der Festkörper gesprengt, wodurch  
sich kleinere Bruchstücke mit unregelmäßiger und größe-  
rer Oberfläche ergeben.

DE 196 39 491 A 1

DE 196 39 491 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Vergrößerung der Oberfläche von Festkörpern, die zumindest in begrenztem Umfang Flüssigkeiten absorbieren.

Mit dem Begriff "Festkörper" ist im vorliegenden Zusammenhang jeder beliebige Körper in einem festen bis plastischen Zustand gemeint, der eine bestimmte, wenn auch beliebige Form besitzt. Solche Festkörper können partikelgranulate oder Haufwerke, aber auch im Hinblick auf ihre weitere Verwendung oder Verarbeitung in bestimmter Weise geformte Produkte sein, z. B. Folien, Platten, Profile, aber auch Fasern, Formkörper o. dgl. Sie können aus beliebigen Materialien, Materialzusammensetzungen oder Materialverbunden bestehen. So kann es sich um organische Stoffe, z. B. Polymere beliebiger Art, aber auch um anorganische Stoffe handeln. Im Hinblick auf die Erfindung müssen sie lediglich die Bedingung erfüllen, daß sie in gewissem Umfang Flüssigkeiten beliebiger Art absorbieren.

Festkörper der vorgenannten Art besitzen in der Regel eine vergleichsweise regelmäßige Oberfläche, die sich zwangsläufig aus den für ihre Erzeugung angewandten Herstellungs- und Verarbeitungsverfahren ergibt. Um eine größere Oberfläche zu erzielen, müssen im Verarbeitungs- oder Produktionsprozeß formgebende Werkzeuge eingesetzt werden. Dadurch lassen sich an Festkörpern strukturierte und reproduzierbare Oberflächenstrukturen erzeugen. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, den Festkörper nach seiner Herstellung mechanisch, z. B. durch aufrauhende Bearbeitungsmethoden, oder chemisch durch Ätzen, Anlösen od. dgl. zu behandeln. In allen diesen Fällen sind die Möglichkeiten der Oberflächenveränderung stark eingeschränkt und die zur Oberflächenvergrößerung angewandten Bearbeitungs- oder Behandlungsmethoden in der Regel relativ zeit- und kostenaufwendig. Bei Formkörpern kleiner Abmessung, z. B. Granulaten, Perlen etc., scheiden die vorgenannten Maßnahmen zur Oberflächenvergrößerung weitgehend aus. Hier kommt nur das Zerkleinern in Frage, das einen erheblichen apparativen Aufwand und Energieeinsatz erfordert. Zudem lassen sich nur solche Festkörper bzw. Stoffe zerkleinern, die eine gewisse Härte und damit Sprödigkeit besitzen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren vorzuschlagen, mit dessen Hilfe es gelingt, die Oberfläche von Festkörpern beliebiger Art und Form zu vergrößern oder aus solchen Festkörpern Haufwerke größerer Oberfläche zu erzeugen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der zumindest in begrenztem Umfang Flüssigkeiten absorbierende Festkörper einer Flüssigkeit oder einer diese enthaltenden feuchten Atmosphäre solange ausgesetzt wird, bis die Flüssigkeit zumindest in den oberflächennahen Bereich des Festkörpers penetriert ist, und daß der flüssigkeitshaltige Festkörper mit Mikrowellen bis zum Verdampfen der penetrierten Flüssigkeit bestrahlt wird.

Die Erfindung nutzt die intermolekulare, interkristalline oder interzelluläre Absorptionsfähigkeit einer Vielzahl von natürlichen oder synthetischen Stoffen aus, um in einer vorbereitenden Maßnahme in dem Festkörper eine Flüssigkeit anzureichern und diese dann durch Mikrowellenenergie von innen heraus schlagartig zu verdampfen. Durch die damit einhergehende spontane Druckerhöhung im Zell-, Kristall- oder Molekülverbund wird die vorhandene Struktur des Festkörpers zur Gänze oder nur an seiner Oberfläche gesprengt. Als Flüssig-

keit kommt vornehmlich Wasser, aber auch jede andere Flüssigkeit in Frage, insbesondere auch solche niedrigerer Viskosität und/oder niedrigeren Siedepunktes in Frage. Für die Durchführung des Verfahrens werden je nach Art des Festkörpers und seines stofflichen Aufbaus sowie je nach dem gewünschten Effekt der Oberflächenvergrößerung Mikrowellen im Leistungsbereich von 10 W bis 50 KW eingesetzt.

Durch die Verweilzeit des Festkörpers in der Flüssigkeit bzw. in der feuchten Atmosphäre läßt sich bei einem gegebenen Penetrationskoeffizienten des Materials des Festkörpers die Eindringtiefe der Flüssigkeit in etwa vorausbestimmen, so daß auch die Tiefe der nach der MW-Bestrahlung erhaltenen, veränderten Oberflächenstruktur in etwa vorbestimmt werden kann.

In einer Ausführungsform des Verfahrens wird der Festkörper solange der Flüssigkeit bzw. der diese enthaltenden feuchten Atmosphäre ausgesetzt, daß die Flüssigkeit bis in den Kern des Festkörpers penetriert. Wird ein solcher Festkörper der Bestrahlung mit Mikrowelle ausgesetzt, so wird er durch die Dampfbildung gesprengt und es entstehen kleinere Bruchstücke mit großer unregelmäßiger Oberfläche. Dieses Verfahren eignet sich insbesondere zur Zerkleinerung von Festkörpern zu partikelförmigen Bruchstücken, z. B. zur Gewinnung eines feinkörnigen bis pulverigen Haufwerks aus groben Partikeln.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist zur Herstellung bzw. "Bearbeitung" einer großen Vielfalt von Produkten geeignet. So kann es zur Erzeugung rauher Oberflächen an Halbzeugen oder Fertigprodukten eingesetzt werden, sei es daß solche rauhen Oberflächen aufgrund der Verwendung dieser Produkte, z. B. wegen besserer Griffbarkeit, erwünscht sind, oder aber um solche Erzeugnisse für eine weitere Bearbeitung vorzubereiten, beispielsweise um sie beschichten oder mit anderen Produkten verkleben zu können. Das Aufsprengen von Festkörpern zur Bildung von Bruchstücken dient insbesondere zur Gewinnung kleinerer Partikel aus großen Partikeln. Dieser Anwendung kommt besondere Bedeutung zu, weil sich viele Festkörper gar nicht oder nur mit großem Aufwand zerkleinern, insbesondere mahlen lassen.

Nachfolgend sind nur einige Anwendungsbeispiele beschrieben, um die vielfältigen Möglichkeiten aufzuzeigen, die das erfindungsgemäße Verfahren bietet.

Es sind eine Reihe von Polymeren bekannt, die Feuchtigkeit bzw. Flüssigkeiten, insbesondere auch Wasser, in mehr oder minder großem Umfang aufnehmen. Hierzu zählen beispielsweise einige Thermoplaste, z. B. Acrylate, Polycarbonate und Polyamide. Bei diesen Polymeren zeigt sich die Flüssigkeitsaufnahme in der Regel in einer Verminderung der Oberflächenhärte.

Daneben gibt es Polymere, die bewußt im Hinblick auf eine hohe Absorptionsfähigkeit von Flüssigkeiten entwickelt wurden und bei der Flüssigkeitsaufnahme in einen gelartigen Zustand übergehen. Diese Polymere werden als Super Absorbent Polymers (SAP) bezeichnet. Solche Super Absorbent Polymers (SAP) werden in Form von Perlen, beispielsweise zur Feuchtigkeitsabsorption im Humanbereich bei Windeln, Einlagen etc. verwendet. Diese SAP sind vergleichsweise teuer. Das Kornspektrum ist durch den Herstellungsprozeß weitgehend vorgegeben. Dies gilt auch für ihre vergleichsweise glatte Oberfläche. Durch das erfindungsgemäße Verfahren werden die Perlen gesprengt. Dabei ergibt sich nicht nur durch die Haufwerkbildung eine Oberflächenvergrößerung, sondern wird ein zerklüftetes Ein-

zeln mit entsprechend vergrößerter Oberfläche erhalten. Damit läßt sich die Absorptionsgeschwindigkeit erhöhen, so daß die SAP entweder wirkungsvoller oder in geringerer Menge eingesetzt werden können. Praktische Versuche haben gezeigt, daß in diesem Anwendungsfall Mikrowellenleistungen zwischen 100 W bis 5 kW bei einer Bestrahlungsdauer zwischen 1 s und 5 min und einer penetrierten Flüssigkeitsmenge von 1 bis 100 Mass.% zu einer Zerkleinerung führt. Dabei ist lediglich darauf zu achten, daß die bei der Bestrahlung auftretende Temperaturerhöhung innerhalb des Festkörpers nicht zu einer unerwünschten Veränderung der Molekularstruktur führt, was durch die Leistung und Dauer der Bestrahlung, wie auch durch den Gehalt an penetrierter Flüssigkeit steuerbar ist.

Was für die vorgenannten, aber auch andere feuchtigkeitsabsorbierende Thermoplaste gilt, läßt sich auch bei Duroplasten oder Elastomeren erreichen. Beispielsweise läßt sich bei den in der Membrantechnik verwendeten Polysiloxanen durch Oberflächenvergrößerung das Diffusionsverhalten verändern. Bei vielen technischen Kunststoffen lassen sich allein durch Vergrößerung der Oberflächenrauigkeit bessere Voraussetzungen für das Beschichten, Verkleben oder das thermische Fügen schaffen. Im medizinischen Bereich lassen sich bei Kunststoff-Implantaten durch die Oberflächenvergrößerung die Bedingungen für das Anwachsen von Bindegewebe erheblich verbessern. Bei Fasern und Textilfasern läßt sich die Absorptionsfähigkeit für Flüssigkeiten, wie Körperschweiß, aber auch für Farben und sonstige flüssige Ausrüstungen verbessern.

Im Bereich von Bahnware, wie Kunststofffolien, Papier od. dgl. können durch eine gezielte Veränderung der Oberfläche, insbesondere durch Aufrauen, optische Effekte, z. B. diffus reflektierende Oberflächen, oder durch lokal begrenztes Aufrauen Träger für die Drucktechnik (bessere Farbhaftung) erzielt werden. Das Aufrauen der Oberfläche läßt sich bei beliebigen Ausgangsprodukten auch zur Erzielung oder Verbesserung akustischer Dämmeigenschaften nutzen. Gleichermaßen lassen sich die Eigenschaften oberflächenaktiver Feststoffe, z. B. von Emulgatoren für Nahrungsmittel oder Kosmetika verbessern.

Das erfindungsgemäße Verfahren gestattet die Zerkleinerung von Stoffen, die durch herkömmliche Zerkleinerungstechniken gar nicht oder nur mit großem apparativen Aufwand und Energieeinsatz zerkleinert werden können. Als Beispiele seien hier energetische Stoffe, z. B. Sprengstoffe und Explosivstoffe, erwähnt, die wegen der bei Mahlvorgängen erheblichen Reibungskräfte und dadurch verursachter lokaler Druck- und Temperaturspitzen nicht mechanisch zerkleinert werden können. Auch anorganische Stoffe, z. B. Trocknungsmittel, wie KCl und CaCl oder Mineralien und Keramiken, lassen sich mit geringem apparativen und geringem Energieaufwand zerkleinern.

Mit der MW-initiierten Sprengung von Festkörpern zu Haufwerken lassen sich Filtermaterialien für Schüttgutfilter mit oder ohne adsorptiven Eigenschaften gewinnen.

Ebenso vorteilhaft läßt sich das erfindungsgemäße Verfahren überall dort einsetzen, wo es darum geht, Stoffe aufzuschließen, um sie weiterzuverarbeiten, kompaktieren oder volumensparend entsorgen zu können.

Festkörpern, die zumindest in begrenztem Umfang Flüssigkeiten absorbieren, dadurch gekennzeichnet, daß der Festkörper einer Flüssigkeit oder einer diese enthaltenden feuchten Atmosphäre solange ausgesetzt wird, bis die Flüssigkeit zumindest in den oberflächennahen Bereich des Festkörpers penetriert ist, und daß der flüssigkeithaltige Festkörper mit Mikrowellen bis zum Verdampfen der penetrierten Flüssigkeit bestrahlt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Festkörper der Flüssigkeit oder einer diese enthaltenden feuchten Atmosphäre solange ausgesetzt wird, daß die Flüssigkeit nur in den oberflächennahen Bereich eindringt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Festkörper der Flüssigkeit oder einer diese enthaltenden feuchten Atmosphäre solange ausgesetzt wird, bis diese in den Kern des Festkörpers penetriert ist.

4. Verfahren nach Anspruch 1 und 2 zur Herstellung von Festkörpern mit aufgerauhter Oberfläche.

5. Verfahren nach Anspruch 1 und 3 zur Zerkleinerung von Festkörpern zu partikelförmigen Bruchstücken.

#### Patentansprüche

##### 1. Verfahren zur Vergrößerung der Oberfläche von

- Leerseite -